



**PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES  
COMITÉ DU CODEX SUR LES MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE**

**Trente-quatrième session  
Budapest (Hongrie) 4-8 mars 2013**

**APPROBATION DES DISPOSITIONS RELATIVES AUX MÉTHODES D'ANALYSE FIGURANT  
DANS LES NORMES CODEX**

1. Le présent document contient les méthodes d'analyse et/ou d'échantillonnage proposées par les comités énumérés ci-après, figurant dans les projets de normes et textes apparentés en cours d'élaboration ou les mises à jour qu'il est proposé d'apporter aux méthodes en vigueur:

**PARTIE I. Méthodes d'analyse**

- A. Comité sur les poissons et les produits de la pêche
- B. Comité FAO/OMS de coordination pour l'Asie
- C. Comité sur les contaminants présents dans les aliments
- D. Comité sur les fruits et légumes traités.

**PARTIE II Méthodes d'échantillonnage**

- A. Comité sur les contaminants présents dans les aliments
- B. Comité sur les poissons et les produits de la pêche
- C. Comité sur les fruits et légumes traités.

**PARTIE I MÉTHODES D'ANALYSE**

**A. COMITÉ DU CODEX SUR LES POISSONS ET LES PRODUITS DE LA PÊCHE (CCFFP)**

1. La liste complète des méthodes d'analyse proposées figure à la section A du tableau. On trouvera ci-après un compte-rendu des débats tenus pendant la session du Comité.

**Norme pour le poisson fumé, le poisson aromatisé à la fumée et le poisson fumé-séché<sup>1</sup>**

2. Le Comité est convenu d'avancer le projet de Norme à l'étape 8 pour adoption par la Commission à sa trente-sixième session et de renvoyer à l'étape 6 les additifs pour lesquels un nouvel examen s'avérerait nécessaire. Les dispositions concernant les additifs alimentaires, l'étiquetage des denrées alimentaires et les méthodes d'analyse et d'échantillonnage seront transmises aux comités concernés pour approbation.

**Norme pour les ormeaux vivants et les ormeaux crus frais réfrigérés ou congelés destinés à la consommation directe ou à une transformation ultérieure<sup>2</sup>**

*Partie I - Ormeaux vivants*

**I-8 Échantillonnage, examen et analyse**

3. Le Comité est convenu de se référer à une «unité d'échantillon» dans cette section et dans tous les passages pertinents de la norme. Le Comité a effectué certains changements par souci de clarté. Il est également convenu que «l'unité d'échantillon devra comprendre au moins 20 ormeaux individuels», jugeant inutile de préciser le poids de l'échantillon. Ainsi, la présence de deux ormeaux ou plus sur 20 présentant un défaut (5 pour cent du poids) entraînerait un rejet de l'unité d'échantillon.

<sup>1</sup> REP13/FFP, par. 40 et Annexe III

<sup>2</sup> REP13/FFP, par. 73, 74, 80, 83 et Annexe IV

4. S'agissant de la section I-8.4 portant sur la détermination des biotoxines, le Comité est convenu de se référer aux méthodes spécifiées dans la Norme pour les mollusques bivalves vivants et crus, par souci de cohérence avec la section sur les contaminants. Le texte actuel figurant entre crochets et le tableau ont été supprimés. Le texte proposé dans la norme est le suivant:

S'il y a un risque, les biotoxines marines préoccupantes devront être déterminées selon les méthodes spécifiées dans la Norme pour les mollusques bivalves vivants et crus (CODEX STAN 292-2008).

#### *Partie II - Ormeaux crus et frais, réfrigérés ou congelés*

##### II-8.6 Détermination des biotoxines

5. Le Comité est convenu d'utiliser le libellé retenu à la section I-8.4 (voir paragraphe 5 du document).

6. Le Comité est convenu d'avancer l'avant-projet de Norme à l'étape 8, pour adoption par la Commission à sa trente-sixième session (Annexe IV). Les dispositions concernant l'étiquetage des denrées alimentaires et les méthodes d'analyse et d'échantillonnage seront transmises aux comités concernés pour approbation.

##### **Norme pour les mollusques bivalves vivants et crus<sup>3</sup>**

7. Une délégation a rappelé que l'élaboration de méthodes de détermination des biotoxines était en constante évolution et qu'une démarche par critères avait été suivie pour en tenir compte. La délégation a noté que les critères avaient été définis afin de permettre une certaine souplesse dans l'inclusion de méthodes biologiques telles que les bio-essais sur souris, largement utilisés, et les méthodes CLHP multianalogues. Il a également été noté qu'il convenait d'élaborer des méthodes plus appropriées et précises et que celles-ci pourraient à l'avenir figurer dans la Norme.

8. Le Comité a décidé de modifier le paragraphe suivant le premier tableau pour veiller à ce que des facteurs d'équivalence de toxicité internationaux scientifiquement validés soient utilisés pour calculer la toxicité totale dans le cas des méthodes qui ne mesurent pas directement la toxicité totale.

9. La dernière phrase entre crochets a été supprimée car il était difficile de disposer de matériaux de référence certifiés pour chaque analyte. Le besoin de disposer de matériaux de référence certifiés entraînerait la suppression de certains analogues du Tableau 2.

10. Le Comité est convenu de transmettre l'avant-projet de section à la Commission, à sa trente-sixième session, pour adoption à l'étape 5 et au CCMAS pour approbation.

#### **B. COMITÉ FAO/OMS DE COORDINATION POUR L'ASIE (CCASIA)**

11. La liste complète des méthodes d'analyse proposées figure à la section B du tableau. On trouvera ci-après un compte-rendu des débats tenus pendant la session du Comité.

##### **Norme régionale pour le tempeh<sup>4</sup>**

12. Le Comité de coordination est convenu que AOAC 983.23 était la méthode d'analyse de la teneur en lipides la plus appropriée pour ce produit. Il est aussi convenu de proposer la méthode pour la teneur en protéines (AOAC 955.04D) comme méthode de type I.

13. Le Comité de coordination est convenu de transmettre l'avant-projet de Norme régionale pour le tempeh à la Commission (trente-sixième session) pour adoption à l'étape 5/8, avec recommandation d'omettre les étapes 6 et 7 (Annexe II) et les sections pertinentes au CCFA, au CCMAS et au CCFL pour confirmation.

##### **Norme régionale pour les produits à base de soja non fermenté<sup>5</sup>**

14. Le Comité de coordination est convenu de supprimer la section sur l'échantillonnage étant donné qu'elle ne contenait aucun plan d'échantillonnage spécifique.

15. Le Comité de coordination a remplacé AOAC 2001.11.F par AOAC 955.04D comme méthode d'analyse pour la détermination de la teneur en protéines car plus appropriée.

<sup>3</sup> REP13/FFP, par. 95-99, Annexe VII

<sup>4</sup> REP13/ASIA, par. 115 et 117 et Annexe II

<sup>5</sup> REP13/ASIA, par. 105, 106, 109 et Annexe III

16. Le Comité de coordination est convenu de transmettre l'avant-projet de Norme régionale à la Commission pour adoption à l'étape 5 (Annexe III) et les sections pertinentes au Comité sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (CCMAS) et au CCFL pour confirmation.

### **C. COMITÉ SUR LES FRUITS ET LÉGUMES TRAITÉS (CCPFV)**

17. La liste complète des méthodes d'analyse proposées figure à la section C du tableau. On trouvera ci-après un compte-rendu des débats tenus pendant la session du Comité.

#### **Norme pour la purée de pommes en conserve<sup>6</sup>**

18. Le Comité a noté que les normes révisées du Codex pour les fruits et les légumes traités énuméraient et/ou explicitaient les méthodes d'analyses et d'échantillonnage pertinentes dans la section correspondante des normes étant donné l'arrêt de la publication du Volume 13 sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage.

19. À cet égard, le Comité avait noté l'absence de dispositions concernant les méthodes d'analyse pour la purée de pomme en conserve, et pour des motifs de cohérence avec l'approche adoptée pour les méthodes d'analyse et d'échantillonnage dans les normes Codex pour les fruits et les légumes traités, il était convenu de solliciter des observations sur les méthodes d'analyse à inclure dans la Norme pour la purée de pomme en conserve (CODEX STAN 17-1981).

20. Le Comité a noté que, selon les observations soumises en réponse à la lettre circulaire CL 2010/52-PFV, les méthodes générales Codex pour les fruits et légumes traités concernant les extraits secs solubles et le remplissage minimal étaient pertinentes pour la purée de pomme en conserve et devaient donc être incluses dans la Norme.

21. Le Comité est convenu d'inclure les méthodes d'analyse pour les extraits secs solubles et le remplissage minimal dans la Norme pour la purée de pomme en conserve et de transmettre cette modification rédactionnelle à la Commission du Codex Alimentarius pour adoption à sa trente-sixième session.

#### **Norme pour les olives de table<sup>7</sup>**

22. La méthode concernant l'acidité de la saumure a été supprimée étant donné que la Norme ne comportait pas de dispositions à cet égard.

23. Le Comité est convenu d'avancer l'avant-projet de Norme pour les olives de table (Révision de la Norme CODEX STAN 66-1981) à l'étape 5/8 en omettant les étapes 6 et 7, pour adoption par la Commission à sa trente-sixième session.

## **PARTIE II MÉTHODES D'ÉCHANTILLONNAGE**

### **A. COMITÉ SUR LES CONTAMINANTS PRÉSENTS DANS LES ALIMENTS**

#### **Projet de limites maximales pour les aflatoxines totales dans les figes sèches y compris les plans d'échantillonnage<sup>8</sup>**

24. Le Comité était convenu de renvoyer l'avant-projet de LM de 10 µg/kg pour les figes sèches y compris le plan d'échantillonnage correspondant révisé à la Commission pour adoption à l'étape 5/8 à sa trente-cinquième session. Les limites proposées ont été adoptées en l'état (le plan d'échantillonnage est présenté à l'Appendice I).

### **B. COMITÉ SUR LES POISSONS ET LES PRODUITS DE LA PÊCHE (CCFFP)**

#### **Norme pour le poisson fumé, le poisson aromatisé à la fumée et le poisson fumé-séché**

25. On trouvera un rappel des faits à la section A de la Partie I.

26. Le plan d'échantillonnage proposé est le suivant:

##### 8.1 Échantillonnage

L'échantillonnage de lots pour examen du produit se fera conformément aux Directives générales sur l'échantillonnage (CAC/GL 50-2004).

<sup>6</sup> REP13/PFV, par. 125-128 et Annexe VII

<sup>7</sup> REP13/PFV, par. 37, 38 et Annexe II

<sup>8</sup> REP12/CF, par. 79-82 et Annexe II

On entend par unité d'échantillon l'emballage individuel du produit ou une portion de 1kg prélevée dans des conteneurs en vrac.

Le nombre d'échantillons à prélever pour déterminer le niveau d'histamine dans un lot sera déterminé par l'autorité de tutelle compétente.

**Norme pour les ormeaux vivants et les ormeaux crus frais réfrigérés ou congelés destinés à la consommation directe ou à une transformation ultérieure**

27. On trouvera un rappel des faits à la section A de la Partie I.

28. Le plan d'échantillonnage proposé est le suivant

*PARTIE I – ORMEAUX VIVANTS*

I-8.1 Échantillonnage

- i) L'échantillonnage de lots pour examen du produit se fera conformément aux Directives générales sur l'échantillonnage (CAC/GL 50-2004).
- ii) L'échantillon devra contenir un nombre suffisant d'unités d'échantillon choisies dans l'ensemble du lot pour garantir que l'échantillon soit représentatif du lot. L'unité d'échantillon devra comprendre au moins 20 ormeaux.
- iii) La portion d'ormeau à analyser devra être la partie destinée à être consommée.

*PARTIE II – ORMEAUX CRUS FRAIS RÉFRIGÉRÉS OU CONGELÉS*

II-8.1 Échantillonnage

Se référer à I-8.1

**C. COMITÉ SUR LES FRUITS ET LES LÉGUMES TRAITÉS (CCPFV)**

**Norme pour les olives de table**

29. On trouvera un rappel des faits à la section C de la Partie I et le projet de plan d'échantillonnage à l'Appendice II.

## A. COMITÉ SUR LES POISSONS ET LES PRODUITS DE LA PÊCHE

### Norme pour le poisson fumé, le poisson aromatisé à la fumée et le poisson fumé-séché

PRODUIT	DISPOSITION	MÉTHODE	PRINCIPE	Notes et type proposé
Poisson fumé, poisson aromatisé à la fumée et poisson fumé-séché	Sel dans la phase aqueuse	AOAC 952.08  AOAC 937.09  Décrite dans la Norme <sup>9</sup>	Calcul	
Poisson fumé, poisson aromatisé à la fumée et poisson fumé-séché	Activité de l'eau	Décrite dans la Norme <sup>10</sup>		
Poisson fumé, poisson aromatisé à la fumée et poisson fumé-séché	Histamine	AOAC 977.13 ou toute méthode scientifique équivalente validée		

### Norme pour les ormeaux vivants et les ormeaux crus frais réfrigérés ou congelés destinés à la consommation directe ou à une transformation ultérieure

PRODUIT	DISPOSITION	MÉTHODE	PRINCIPE	Notes et type proposé
Ormeaux vivants	Biotoxines	Décrite dans la Norme <sup>11</sup>		
Ormeaux crus frais réfrigérés ou congelés	Biotoxines	Décrite dans la Norme <sup>12</sup>		
ormeaux congelés (recouverts de givre)	Poids net	AOAC 963.18		

<sup>9</sup> % sel x 100 / (%eau + %sel)

<sup>10</sup> On mesure l'activité de l'eau avec un analyseur d'activité de l'eau correctement calibré selon les normes de référence et utilisé et entretenu selon les instructions du fabricant.

<sup>11</sup> S'il y a un risque, les biotoxines marines préoccupantes devront être déterminées selon les méthodes spécifiées dans la Norme pour les mollusques bivalves vivants et crus (CODEX STAN 292-2008).

<sup>12</sup> S'il y a un risque, les biotoxines marines préoccupantes devront être déterminées selon les méthodes spécifiées dans la Norme pour les mollusques bivalves vivants et crus (CODEX STAN 292-2008).

## Norme pour les mollusques bivalves vivants et crus

### Détermination des biotoxines

Les méthodes de Type II et de Type III seront choisies conformément aux «Critères généraux régissant le choix des méthodes d'analyse» et aux «Critères généraux de sélection des méthodes d'analyse validées par un laboratoire unique» du Manuel de procédure du Codex.

Une méthode sera choisie en fonction de son utilité pratique, la préférence devant être accordée aux méthodes applicables aux fins de routine.

Les méthodes rempliront les critères numériques figurant au Tableau 1 et pourront soit satisfaire la fourchette minimale applicable soit la limite de détection (LD) et la limite de quantification (LQ) indiquées<sup>13</sup>.

Les critères de toxicité totale de la méthode multianalogue sont estimés pour les profils des toxines à l'aide des données de l'étude de validation

#### I-8.6.1 Valeurs des critères numériques concernant les biotoxines dans les mollusques bivalves

Tableau 1

Groupe	Toxine	Limite maximale/kg de chair de mollusque	Fourchette minimale applicable	LD	LQ	Précision (RSD <sub>R</sub> )	Pourcentage de récupération
Groupe des saxitoxines (STX)	Toxicité totale	≤ 0,8 milligrammes (2HCL) d'équivalent saxitoxines	0,4 – 1,2	0,08	0,16	33%	70 – 120
Groupe de l'acide okadaïque	Toxicité totale	≤ 0,16 milligrammes d'équivalent okadaïque	0,05 – 0,27	0,016	0,032	44 %	70 – 120
Groupe de l'acide domoïque (DA)	Acide domoïque (DA)	≤ 20 milligrammes d'acide domoïque	13,2 – 26,8	2	4	22%	85 – 110
Groupe des brevétoxines (BTX)	Toxicité totale	≤ 200 unités souris ou (0,8 milligrammes d'équivalent BTX2)	74 – 326 unités souris (0,26 – 1,34 mg BTX2 éq.)	20 (0,08)	40 (0,16)	44 %	70 – 120
Groupe des azaspiracides (AZA)	Toxicité totale	≤ 0,16 milligrammes d'équivalent AZA1	0,05 – 0,27	0,016	0,032	44 %	70 – 120

Utiliser les facteurs d'équivalence de toxicité validés scientifiquement au plan international (FET) pour calculer la toxicité totale lorsque les méthodes ne mesurent pas directement la toxicité totale.

<sup>13</sup> Pourrait être remplacé par «ou», en fonction des débats au point 2 de l'ordre du jour (voir CX/MAS 13/34/2, par. 9).

Les méthodes qui ne mesurent pas directement la toxicité totale doivent être validées et utilisées pour les analogues de toxines pertinents susceptibles de contribuer à la toxicité totale. Les analogues de toxines actuellement connus figurent au Tableau 2.

**Tableau 2 Analogues de toxines à prendre en compte**

<b>Groupe</b>	<b>Toxine</b>
Groupe des saxitoxines (STX)	Saxitoxine (STX)
	Néosaxitoxine (NEO)
	Décarbamoyle-saxitoxine (dcSTX)
	Décarbamoyle-néosaxitoxine (dcNEO)
	Gonyautoxine-1 (GTX1)
	Gonyautoxine-2 (GTX2)
	Gonyautoxine-3 (GTX3)
	Gonyautoxine-4 (GTX4)
	Gonyautoxine-5 (B1)
	Gonyautoxine-6 (B2)
	Décarbamoyle-gonyautoxine-2 (dcGTX2)
	Décarbamoyle-gonyautoxine-3 (dcGTX3)
	N-sulfocarbamoyle-gonyautoxine-1 (C3)
	N-sulfocarbamoyle-gonyautoxine-2 (C1)
	N-sulfocarbamoyle-gonyautoxine-3 (C2)
	N-sulfocarbamoyle-gonyautoxine-4 (C4)
Groupe de l'acide okadaïque	Acide okadaïque (OA)
	Dinophysistoxine-1 (DTX1)
	Dinophysistoxine-2 (DTX2)
	Esters de OA, DTX1 et DTX2 (FA-ESTERS)
Groupe de l'acide domoïque (DA)	Acide domoïque (DA)
Groupe des brevéttoxines (BTX)	Brévéttoxine-1 (BTX1)
	Brévéttoxine-2 (BTX2)
	Dérivés de brevéttoxine-1 (devBTX1)
	Dérivés de brevéttoxine-2 (devBTX2)
Groupe des azaspiracides (AZA)	Azaspiracide-1 (AZA1)
	Azaspiracide-2 (AZA2)
	Azaspiracide-3 (AZA3)

**B. COMITÉ FAO/OMS DE COORDINATION POUR L'ASIE****Norme régionale pour le tempeh**

<b>PRODUIT</b>	<b>DISPOSITION</b>	<b>MÉTHODE</b>	<b>PRINCIPE</b>	<b>Notes et type proposé</b>
Tempeh	Teneur en eau	AOAC 925.09	Gravimétrie (étuve à vide)	<b>type I</b>
Tempeh	Teneur en protéines	AOAC 955.04D (Coefficient d'azote 5,71)	Titrimétrie, digestion de Kjeldahl	<b>type I</b>
Tempeh	Teneur en lipides	AOAC 983.23	Gravimétrie (Röse Gottlieb)	<b>type I</b>
Tempeh	Fibres brutes	ISO 5498:1981	Filtration à fibre céramique	<b>type I</b>

**Avant-projet de norme pour les produits non fermentés à base de soja**

<b>PRODUIT</b>	<b>DISPOSITION</b>	<b>MÉTHODE</b>	<b>PRINCIPE</b>	<b>Notes et type proposé</b>
Produits à base de soja non fermenté	Teneur en eau	AOAC 925.09	Gravimétrie (étuve à vide)	<b>type I</b>
Produits à base de soja non fermenté	Teneur en protéines	AOAC 955.04D (Coefficient d'azote 5,71)	Titrimétrie, digestion de Kjeldahl	<b>type I</b>

**C. COMITÉ SUR LES FRUITS ET LES LÉGUMES TRAITÉS****Norme pour la purée de pomme en conserve**

<b>PRODUIT</b>	<b>DISPOSITION</b>	<b>MÉTHODE</b>	<b>PRINCIPE</b>	<b>Notes et type proposé</b>
Purée de pomme en conserve	Remplissage des récipients	CAC/RM 46-1972* (pour les récipients en verre) (Méthode générale Codex pour les fruits et les légumes traités) et ISO 90.1:1999 (pour les récipients en métal) (Méthode générale Codex pour les fruits et les légumes traités)	Pesage	<b>type I</b>
Purée de pomme en conserve	Extraits secs solubles	AOAC 932.12 ISO 2173:2003 (Méthode générale Codex pour les fruits et les légumes traités)	Réfractométrie	<b>type I</b>



**Norme pour les olives de table**

<b>PRODUIT</b>	<b>DISPOSITION</b>	<b>MÉTHODE</b>	<b>PRINCIPE</b>	<b>Notes et type proposé</b>
Olives de table	Poids égoutté	AOAC 968.30 (Méthode générale du Codex pour les fruits et légumes traités)	Tamissage Gravimétrie	<b>type I</b>
Olives de table	Remplissage des récipients	CAC/RM 46-1972* (pour les récipients en verre) (Méthode générale Codex pour les fruits et les légumes traités) et ISO 90.1:1999 (pour les récipients en métal) (Méthode générale Codex pour les fruits et les légumes traités)	Pesage	<b>type I</b>
Olives de table	pH de la saumure	NMKL 179:2005 (Méthode générale du Codex pour les fruits et les légumes traités)	Potentiométrie	<b>type II</b>
Olives de table		AOAC 981.12 (Méthode générale du Codex pour les fruits et légumes traités)		<b>type III</b>
Olives de table		ISO 1852:1991		<b>type IV</b>
Olives de table	Sel dans la saumure	AOAC 971.27 (Méthode générale Codex)	Potentiométrie	<b>type II</b>
Olives de table		ISO 3634:1979 «chlorure exprimé en chlorure de sodium» (Méthode générale du Codex pour les fruits et légumes traités)		<b>type III</b>
Olives de table	Plomb	AOAC 972.25 (Méthode générale Codex)	SAA (absorption avec flamme)	<b>type III</b>
Olives de table	Étain	AOAC 980.19 (Méthode générale Codex)	SAA	<b>type II</b>

**\* DÉTERMINATION DE LA CAPACITÉ EN EAU DES RÉCIPIENTS (CAC/RM 46-1972)****1. CHAMP D'APPLICATION**

La présente méthode s'applique aux récipients en verre.

**2. DÉFINITION**

On entend par capacité en eau d'un récipient le volume d'eau distillée à 20°C que le récipient contient une fois complètement rempli et fermé.

**3. MODE OPÉRATOIRE**

3.1 Choisir un récipient qui n'est endommagé à aucun égard.

3.2 Laver, sécher et peser le récipient vide.

3.3 Remplir le récipient avec de l'eau distillée à 20°C jusqu'au niveau de son couvercle, puis peser le récipient ainsi rempli.

#### **4. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS**

Soustraire le poids obtenu au 3.2 du poids obtenu au 3.3. La différence sera considérée comme correspondant au poids d'eau nécessaire pour remplir le récipient. Les résultats sont exprimés en millilitres d'eau.

**Appendice I****PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE POUR LA CONTAMINATION PAR L'AFATOXINE DES FIGES SÈCHES****DÉFINITIONS**

**Lot** – quantité identifiable d'un produit alimentaire livré en une seule fois et qui, de l'avis de l'agent d'échantillonnage, présente des caractères communs, tels que l'origine, la variété, le type d'emballage, l'emballer, l'établissement d'emballage ou les marques.

**Sous-lot** – partie déterminée d'un lot plus important sur laquelle sera appliquée la méthode d'échantillonnage. Chaque sous-lot doit être physiquement séparé et identifiable.

**Plan d'échantillonnage** – Il est défini par une procédure d'essai d'aflatoxines et une limite d'acceptation ou de rejet. Cette procédure comprend trois étapes: collecte de l'échantillon, préparation de l'échantillon et quantification des aflatoxines. La limite d'acceptation ou de rejet est le seuil de tolérance habituellement égal à la limite maximale Codex.

**Échantillon élémentaire** – quantité de matériel prélevé en n'importe quel point du lot ou du sous-lot.

**Échantillon global** – Total de tous les échantillons élémentaires provenant du lot ou du sous-lot. L'échantillon global doit être au moins aussi gros que l'échantillon de laboratoire ou les échantillons combinés.

**Échantillon de laboratoire** – la plus petite quantité de figes sèches pulvérisées dans un broyeur. L'échantillon de laboratoire peut être une partie de l'échantillon global entier. Si l'échantillon global dépasse l'échantillon de laboratoire, un échantillon de laboratoire doit être prélevé d'une manière aléatoire sur l'échantillon global.

**Prise d'essai** – partie de l'échantillon de laboratoire pulvérisé. L'échantillon de laboratoire entier doit être pulvérisé dans un broyeur. Une partie de cet échantillon est prélevée d'une manière aléatoire pour l'extraction de l'aflatoxine aux fins de l'analyse chimique.

**Figes sèches prêtes à consommer** – figes sèches, qui ne sont pas destinées à subir une transformation et/ou un traitement ultérieurs dont il est prouvé qu'ils réduisent les niveaux d'aflatoxine.

**Courbe d'efficacité (OC)** – un graphique de la probabilité de l'acceptation d'un lot par rapport à la concentration dans le lot lors de l'utilisation d'un modèle de plan d'échantillonnage donné. La courbe d'efficacité fournit une estimation des bons lots rejetés (risque de l'exportateur) et des mauvais lots acceptés (risque de l'importateur) par un modèle donné de plan d'échantillonnage pour les aflatoxines.

**CONSIDÉRATIONS RELATIVES À LA CONCEPTION DU PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE**

1. Les importateurs catégorisent commercialement les figes sèches comme «prêtes à consommer». En conséquence, les limites maximales et les plans d'échantillonnage sont proposés pour les figes sèches prêtes à consommer uniquement.
2. La performance de l'avant-projet de plan d'échantillonnage a été calculée en utilisant la variabilité et la distribution des aflatoxines dans les échantillons de laboratoire de figes sèches prélevés dans des lots contaminés. Le nombre de figes sèches par kg étant différent selon les variétés, la taille de l'échantillon de laboratoire est exprimée en nombre de figes sèches à des fins statistiques. Toutefois, le nombre de figes sèches par kg pour chaque variété peut être utilisé pour convertir la taille de l'échantillon de laboratoire à partir du nombre de figes sèches en masse et vice versa.
3. Les estimations de l'incertitude (variances) associées à l'échantillonnage, à la préparation de l'échantillon et à l'analyse ainsi que la distribution binomiale négative<sup>14</sup> sont utilisées pour calculer les courbes d'efficacité (OC) qui décrivent la performance des plans d'échantillonnage proposés pour les figes sèches.

<sup>14</sup> Whitaker, T., Dickens, J., Monroe, R., et Wiser, E. 1972. Comparison of the negative binomial distribution of aflatoxin in shelled peanuts to the negative binomial distribution. J. American Oil Chemists' Society, 49:590-593.

4. La variance analytique mesurée dans l'étude d'échantillonnage correspond à la variance au sein du laboratoire et a été remplacée par une évaluation de la variance analytique correspondant à un écart type relatif de reproductibilité de 22 pour cent, qui est suggéré par Thompson et qui est fondé sur les données du Schéma d'évaluation de la performance en analyse des aliments (FAPAS)<sup>15</sup>. Un écart-type relatif de 22 pour cent est considéré par FAPAS comme une mesure appropriée du meilleur accord qui peut être obtenu de façon fiable entre les laboratoires. Une incertitude analytique de 22 pour cent est supérieure à la variation dans un laboratoire mesurée dans les études d'échantillonnage pour les figes sèches.

5. La question de la correction du résultat du test analytique pour la récupération n'est pas abordée dans ce document. Toutefois, le tableau 2 indique différents critères de performance pour les méthodes d'analyse y compris les suggestions concernant les fourchettes de taux de récupération acceptables.

## PROCÉDURE D'ESSAI DES AFLATOXINES ET LIMITES MAXIMALES

6. Un plan d'échantillonnage pour les aflatoxines est défini par une procédure d'essai pour les aflatoxines et une limite maximale. La limite maximale proposée et la procédure d'essai pour les aflatoxines sont indiquées dans la présente section.

7. La limite maximale pour les figes sèches «prêtes à consommer» est de 10 µg/kg d'aflatoxines totales.

8. Le choix du nombre et de la taille de l'échantillon de laboratoire est un compromis entre les risques de minimalisation (faux positifs et faux négatifs) et les coûts liés à l'échantillonnage et aux restrictions commerciales. Pour simplifier, il est recommandé que les plans d'échantillonnage proposés pour les aflatoxines utilisent trois échantillons de 10 kg de figes sèches.

9. Le plan d'échantillonnage («prêt à consommer») a été conçu pour la mise en application et les contrôles concernant les aflatoxines totales dans les cargaisons en vrac (lots) des figes sèches commercialisées sur le marché de l'exportation.

Limite maximale – 10 µg/kg d'aflatoxines totales

Nombre d'échantillons de laboratoire – 3

Taille de l'échantillon de laboratoire – 10 kg

Préparation de l'échantillon – mouture en bouillie liquide et portion d'essai qui représente 55 g de la masse des figes sèches

Méthode analytique – basée sur la performance (voir tableau 2)

Règle de décision – si le résultat du test pour les aflatoxines est inférieur ou égal à 10 µg/g d'aflatoxines totales pour les trois échantillons de laboratoire de 10 kg, le lot doit être accepté. Sinon, il faut rejeter le lot.

On trouvera au paragraphe 46 du présent Appendice la courbe d'efficacité décrivant la performance du plan d'échantillonnage pour les figes sèches prêtes à consommer.

10. Afin d'aider les pays membres à mettre en œuvre le plan d'échantillonnage Codex ci-dessus, les méthodes de sélection de l'échantillon, les méthodes de préparation de l'échantillon et les méthodes d'analyse requises pour quantifier l'aflatoxine dans les échantillons de laboratoire prélevés dans des lots en vrac de figes sèches sont décrites dans les sections suivantes.

## SÉLECTION DES ÉCHANTILLONS

### Matériau à échantillonner

11. Chaque lot à examiner doit être échantillonné séparément. Les lots supérieurs à 15 tonnes doivent être sous-divisés en sous-lots afin d'être échantillonnés séparément. Si un lot est supérieur à 15 tonnes, le nombre de sous-lots est égal au poids du lot en tonnes divisé par 15 tonnes. Il est recommandé qu'un lot ou un sous-lot ne dépasse pas 15 tonnes.

12. Compte tenu que le poids du lot n'est pas toujours un multiple exact de 15 tonnes, le poids du sous-lot peut dépasser le poids mentionné de 25 pour cent au maximum.

<sup>15</sup> Thompson, M. 2000. Recent trends in inter-laboratory precision at ppb and sub-ppb concentrations in relation to fitness for purpose criteria in proficiency testing. J. Royal Society of Chemistry, 125:385-386.

13. Les échantillons doivent être prélevés dans le même lot, c'est-à-dire qu'ils doivent avoir le même code de lot ou au moins la même date limite de consommation. Tout changement qui affecterait la teneur en mycotoxines, la détermination analytique ou rendrait les échantillons globaux collectés non représentatifs doit être évité. Par exemple, il convient de ne pas ouvrir un emballage dans de mauvaises conditions météorologiques ou de ne pas exposer les échantillons à une humidité excessive ou à la lumière du jour. Éviter la contamination croisée provenant d'autres cargaisons potentiellement contaminées environnantes.

14. Dans la plupart des cas, tout camion ou conteneur doit être déchargé afin de pouvoir procéder à un échantillonnage représentatif.

#### Collecte des échantillons élémentaires

15. Les procédures utilisées pour prélever des échantillons élémentaires dans un lot de figues sèches sont extrêmement importantes. Chaque figue dans le lot doit avoir les mêmes chances d'être choisie. Les méthodes suivies pour la collecte des échantillons entraîneront des biais si l'équipement et les procédures utilisés pour collecter les échantillons élémentaires suppriment ou réduisent les possibilités pour chaque fruit du lot d'être choisi.

16. Étant donné qu'il n'y a pas moyen de savoir si les figues contaminées sont uniformément réparties dans le lot, il est essentiel que l'échantillon global soit constitué par l'accumulation de nombreux petits échantillons élémentaires du produit prélevé dans des endroits différents de l'ensemble du lot. Si l'échantillon global est plus gros qu'on ne le souhaitait, il faut le mélanger et le subdiviser jusqu'à l'obtention d'un échantillon de la taille requise.

17. Pour les lots de moins de 10 tonnes, la taille de l'échantillon global est réduite de sorte que l'échantillon global n'excède pas une portion importante du lot ou du sous-lot.

#### Nombre et taille des échantillons élémentaires pour les lots de poids divers

18. Le nombre des échantillons élémentaires à prélever dans un lot (sous-lot) dépend du poids du lot. Le tableau 1 sera utilisé pour déterminer le nombre des échantillons élémentaires à prélever dans des lots ou des sous-lots de différentes tailles. Le nombre d'échantillons élémentaires varie de 10 à 100 pour les lots ou sous-lots de différentes tailles.

**Tableau 1. Nombre et taille des échantillons élémentaires composés pour un échantillon global de 30 kg<sup>a</sup> en fonction du poids du lot (ou sous-lot).**

Lot ou sous-lot Poids <sup>b</sup> (T en tonnes)	Nombre minimal d'échantillons élémentaires	Taille minimale de l'échantillon élémentaire <sup>c</sup> (g)	Taille minimale de l'échantillon global (kg)	Taille de l'échantillon de laboratoire (kg)	Nombre d'échantillons de laboratoire
15 ≥ T > 10	100	300	30	10	3
10 ≥ T > 5	80	300	24	8	3
5 ≥ T > 2	60	300	18	9	2
2 ≥ T > 1	40	300	12	6	2
1 ≥ T > 0,5	30	300	9	9	1
0,5 ≥ T > 0,2	20	300	6	6	1
0,2 ≥ T > 0,1	15	300	4,5	4,5	1
0,1 ≥ T	10	300	3	3	1

a/ Taille minimale de l'échantillon global = taille de l'échantillon de laboratoire de 30 kg pour les lots de plus de 10 tonnes

b/ 1 tonne = 1 000 kg

c/ Taille minimale de l'échantillon élémentaire = taille de l'échantillon de laboratoire (30 kg)/nombre minimal d'échantillons élémentaires, soit pour  $10 < T \leq 15$  tonnes,  $300 \text{ g} = 30\,000 \text{ g}/100$

19. Le poids minimum suggéré de l'échantillon élémentaire est de 300 grammes pour les lots et les sous-lots de différentes tailles.

#### Lots statiques

20. On entend par lot statique une grande masse de figues sèches contenues soit dans un seul grand conteneur comme un chariot, un camion ou un wagon, ou dans de nombreux petits conteneurs tels que des sacs ou des boîtes, les figues sèches étant statiques au moment où l'échantillon est collecté. Collecter un échantillon véritablement aléatoire dans un lot statique peut être difficile car tous les conteneurs du lot ou du sous-lot ne sont pas nécessairement accessibles.

21. Prélever des échantillons élémentaires exige en général l'emploi de sondes pour collecter le produit dans le lot. Les sondes utilisées doivent être spécialement conçues en fonction du produit et du type de conteneur. La sonde 1) doit être assez longue pour atteindre tout le produit, 2) ne doit exclure aucun élément du lot de la collecte, et 3) ne doit pas altérer les éléments du lot. Comme mentionné ci-dessus, l'échantillon global doit être un mélange de nombreux petits fragments de produit pris en différents points du lot.

22. Pour les lots commercialisés sous emballages individuels, la fréquence d'échantillonnage (SF), ou le nombre d'emballages dans lesquels les échantillons élémentaires sont prélevés, est fonction du poids du lot (LT), du poids de l'échantillon élémentaire (IS), du poids de l'échantillon global (AS) et du poids d'un emballage individuel (IP), comme suit

$$\text{Équation 1: } SF = (LT \times IS) / (AS \times IP).$$

23. La fréquence d'échantillonnage (SF) est le nombre d'emballages échantillonnés. Tous les poids doivent être exprimés dans les mêmes unités de masse, par exemple en kilogrammes.

#### Lots mobiles

24. Il est plus facile d'obtenir des échantillons globaux représentatifs en sélectionnant des échantillons élémentaires dans un flux continu de figues sèches lorsque le lot est transféré d'un endroit à un autre. Lorsqu'on prélève des échantillons dans un flux, il faut prendre de petits fragments de produit sur toute la longueur du flux et mélanger les échantillons élémentaires pour obtenir un échantillon global; si l'échantillon global est plus gros que le ou les échantillon(s) de laboratoire requis, il faut mélanger et subdiviser cet échantillon pour obtenir le ou les échantillon(s) de laboratoire de la taille requise.

25. Des dispositifs d'échantillonnage automatique, comme par exemple l'échantillonneur transversal, sont vendus dans le commerce, dotés de compte minutes, qui effectuent automatiquement des prélèvements à l'aide d'un bec déflecteur dans le flux à intervalles préétablis et réguliers. Quand on ne dispose pas d'équipement automatique, on peut charger quelqu'un de passer manuellement une palette dans le flux à intervalles réguliers pour collecter les échantillons élémentaires. Que l'on utilise des méthodes automatiques ou des méthodes manuelles, les échantillons élémentaires doivent être prélevés et mélangés à intervalles fréquents et réguliers tout au long du passage du flux des figues au point d'échantillonnage.

26. Les échantillonneurs transversaux doivent être installés de la manière suivante: 1) le plan de l'ouverture du bec déflecteur doit être perpendiculaire à la direction du flux, 2) le bec déflecteur doit traverser toute la section du flux; et 3) l'ouverture du bec déflecteur doit être assez large pour pouvoir collecter tous les éléments intéressants du lot. En règle générale, la largeur de l'ouverture du bec déflecteur doit être d'environ trois fois les dimensions les plus grandes des éléments du lot.

27. La taille de l'échantillon global (S) en kg, prélevé dans un lot par un échantillonneur transversal est la suivante:

$$\text{Équation 2: } S = (D \times LT) / (T \times V),$$

Où D est la largeur de l'ouverture du bec déflecteur (en cm), LT est le poids du lot (en kg), T est l'intervalle ou le temps qui s'écoule entre les prélèvements dans le flux (en secondes) et V est la vitesse (en cm/sec) du bec.

28. Si le débit massique du flux, MR (kg/sec), est connu, alors la fréquence de l'échantillonnage (SF), ou le nombre de prélèvements effectués par le dispositif d'échantillonnage automatique peut être calculé à partir de l'équation 3 en tant que fonction de S, V, D, et MR.

$$\text{Équation 3: } SF = (S \times V) / (D \times MR).$$

29. On peut aussi utiliser les équations 2 et 3 pour calculer d'autres éléments intéressants, tels que le temps qui s'écoule entre les prélèvements (T). Par exemple, le temps requis (T) entre les prélèvements pour obtenir un échantillon global de 30 kg sur un lot de 20 000 kg, si la largeur de l'ouverture du bec déflecteur est de 5 cm et la vitesse du bec déflecteur dans le flux de 20 cm/sec. Calcul de T dans l'équation 2.

$$T = (5 \text{ cm} \times 20\,000 \text{ kg}) / (30 \text{ kg} \times 20 \text{ cm/sec}) = 167 \text{ sec.}$$

30. Si le lot se déplace à raison de 500 kg par minute, le lot entier traversera l'échantillonneur en 40 minutes (2 400 sec) et seulement 14,4 prélèvements (14 échantillons élémentaires) seront effectués par le bec dans le lot (équation 3). Cela pourrait ne pas suffire, en ce sens qu'une trop grande quantité de produit (1 388, 9kg) traverse l'échantillonneur entre chaque prélèvement effectué par le bec à travers le flux.

#### Emballage et transport des échantillons

31. Chaque échantillon de laboratoire devra être placé dans un récipient propre et inerte offrant une protection adéquate contre la contamination, la lumière du jour, et contre tout dommage dû au transport ou à l'entreposage. Toutes les précautions nécessaires devront être prises pour éviter tout changement dans la composition de l'échantillon de laboratoire qui pourrait survenir durant le transport ou l'entreposage. Les échantillons devront être entreposés dans un endroit frais et dans l'obscurité.

#### Fermeture et étiquetage des échantillons

32. Chaque échantillon de laboratoire prélevé pour un usage officiel devra être fermé hermétiquement sur le lieu de l'échantillonnage et identifié. Il faudra enregistrer chaque échantillon afin que chaque lot puisse être identifié sans ambiguïté, indiquer la date et le lieu de l'échantillonnage et fournir toute information supplémentaire qui pourrait être utile à l'analyste.

### **PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS**

#### Précautions

33. La lumière du jour est autant que possible à éviter pendant la préparation des échantillons, car les aflatoxines peuvent se décomposer progressivement sous l'influence des ultraviolets. Par ailleurs, la température ambiante et l'humidité relative doivent être contrôlées afin de ne pas favoriser le développement des moisissures et la formation des aflatoxines.

#### Homogénéisation - broyage

34. Comme la répartition des aflatoxines est extrêmement hétérogène, les échantillons de laboratoire doivent être homogénéisés en broyant la totalité des échantillons soumis au laboratoire. L'homogénéisation est un procédé qui réduit la taille des particules et disperse les particules contaminées de façon homogène dans l'ensemble de l'échantillon de laboratoire pulvérisé.

35. L'échantillon de laboratoire doit être finement broyé et parfaitement mélangé grâce à un procédé qui permet à l'homogénéisation d'être aussi complète que possible. L'homogénéisation complète implique que la taille des particules est extrêmement réduite et que la variabilité associée à la préparation de l'échantillon est proche de zéro. Après broyage, le broyeur doit être nettoyé pour prévenir toute contamination croisée.

36. L'utilisation de concasseurs à couteaux verticaux de type broyeur mélangeur qui mélangent et hachent l'échantillon de laboratoire en pâte représente un compromis en termes du coût et de la finesse du hachis ou de la réduction de la taille des particules<sup>16</sup>. Une meilleure homogénéisation (hachis plus fin), comme une bouillie liquide, peut être obtenue au moyen de matériel plus sophistiqué et fournira la variance liée à la préparation des échantillons la plus faible<sup>17</sup>.

#### Prise d'essai

37. La taille recommandée de la prise d'essai obtenue à partir de l'échantillon de laboratoire broyé doit être approximativement de 50 g. Si l'échantillon de laboratoire est utilisé en utilisant une bouillie liquide, la bouillie doit contenir 50 g de masse de figue.

<sup>16</sup> Ozay, G., Seyhan, F., Yilmaz, A., Whitaker, T., Slate, A., et Giesbrecht, F. 2006. Sampling hazelnuts for aflatoxin: Uncertainty associated with sampling, sample preparation, and analysis. J. Association Official Analytical Chemists, Int., 89:1004-1011.

<sup>17</sup> Spanjer, M., Scholten, J., Kastrup, S., Jorissen, U., Schatzki, T., Toyofuku, N. 2006. Sample comminution for mycotoxin analysis: Dry milling or slurry mixing?, Food Additives and Contaminants, 23:73-83.

38. Les procédures de sélection de la prise d'essai de 50 g dans l'échantillon de laboratoire pulvérisé doivent être appliquées de façon aléatoire. Si le mélange a eu lieu pendant ou après le processus de pulvérisation, la prise d'essai de 50 g peut être prélevée dans n'importe quelle partie de l'échantillon de laboratoire. Sinon, la prise d'essai de 50 g doit être obtenue par accumulation de plusieurs petites portions prélevées dans l'ensemble de l'échantillon de laboratoire.

39. Il est recommandé de prélever trois prises d'essai dans chaque échantillon de laboratoire pulvérisé. Les trois prises d'essai seront utilisées aux fins d'application, d'appel et de confirmation, le cas échéant.

## MÉTHODES D'ANALYSE

### Généralités

40. Il conviendra d'utiliser une approche à base de critères, qui fixe une série de critères d'efficacité auxquels la méthode d'analyse utilisée doit être conforme. Cette approche à base de critères présente l'avantage de ne pas obliger à fournir des détails spécifiques sur la méthode utilisée et permet donc de profiter des progrès de la méthodologie sans avoir à réexaminer ou à modifier la méthode spécifiée. Les critères d'efficacité établis pour les différentes méthodes devront inclure tous les paramètres à respecter par chaque laboratoire, tels que le seuil de détection, le coefficient de variation de la répétabilité (au sein du laboratoire), le coefficient de variation de la reproductibilité (entre les laboratoires) et le taux de récupération nécessaire pour diverses restrictions statutaires. Les méthodes d'analyse qui sont acceptées par les chimistes à l'échelle internationale (par exemple, les méthodes AOAC) peuvent être utilisées. Ces méthodes font régulièrement l'objet d'un suivi et d'une mise à jour en fonction des progrès technologiques.

### Critères d'efficacité pour les méthodes d'analyse

41. Une liste de critères et de niveaux de performance est indiquée dans le tableau 2. En utilisant cette approche, les laboratoires sont libres d'utiliser la méthode analytique la plus appropriée à leurs installations.

**Tableau 2. Critères spécifiques auxquels doivent se conformer les méthodes d'analyse**

Critères	Marge de concentration (ng/g)	Valeur recommandée	Valeur maximale autorisée
Blancs	Tout	Négligeable	n/a
Récupération	1 à 15	70 à 110 %	n/a
	>15	80 à 110 %	n/a
Précision ou écart-type relatif $RSD_R$ (reproductibilité)	1 à 120	Équation 4 de Thompson	2 x valeur obtenue de l'équation 4
	20	Équation 5 de Horwitz	2 x valeur obtenue de l'équation 5
Précision ou écart-type relatif (écart-type relatif) $RSD_R$ (répétabilité)	1 à 120	Calculé en tant que 0,66 fois Précision $RSD_R$	n/a
	> 120	Calculé en tant que 0,66 fois Précision $RSD_R$	n/a

n/a = non applicable

42. Les seuils de détection des méthodes utilisées ne sont pas fixés. Seules les valeurs de précision sont données pour les concentrations souhaitées. Les valeurs de précision (exprimées en pourcentage) sont calculées suivant les équations 4 et 5 développées par Thompson<sup>2</sup> et Horwitz et Albert<sup>18</sup>, respectivement.

$$\text{Équation 4: } RSD_R = 22,0$$

$$\text{Équation 5: } RSD_R = 45,25 C^{-0,15}$$

où:

- $RSD_R$  = l'écart type relatif calculé à partir des résultats donnés
- dans des conditions de reproductibilité
- $RSD_f$  = l'écart type relatif calculé à partir des résultats donnés dans des conditions de

<sup>18</sup> Horwitz, W. et Albert, R. 2006. The Horwitz ratio (HorRat): A useful index of method performance with respect to precision. J. Association of Official Analytical Chemists, Int., 89:1095-1109.



répétabilité = 0,66 RSD<sub>R</sub>

- C = concentration d'aflatoxines ou masse d'aflatoxines par rapport à la masse des figes sèches (c'est-à-dire ng/g).

43. Les équations 4 et 5 sont des équations de précision généralisée qui sont indépendantes de la substance à analyser et de la matrice et qui ne dépendent que de la concentration pour les méthodes d'analyse les plus répandues.

44. Les résultats doivent porter sur l'échantillon.

### L'INCERTITUDE, TELLE QUE MESURÉE PAR LA VARIANCE, ASSOCIÉE À L'ÉCHANTILLONNAGE, À LA PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON ET AUX ÉTAPES ANALYTIQUES DE LA PRISE D'ESSAI POUR LES AFLATOXINES UTILISÉS POUR ÉVALUER LES AFLATOXINES DANS LES FIGES SÈCHES

45. Les variances de l'échantillonnage, de la préparation de l'échantillon et de l'analyse associées à la procédure d'essai de l'aflatoxine pour les figes sèches sont indiquées dans le tableau 3.

**Tableau 3. Variances<sup>a</sup> associées à la prise d'essai pour les aflatoxines dans les figes sèches**

Prise d'essai	Variances pour les figes sèches
Échantillonnage <sup>b,c</sup>	$S_s^2 = (590/ns)2,219C^{1,433}$
Préparation de l'échantillon <sup>d</sup>	$S_{sp}^2 = (55/nss)0,01170C^{1,465}$
Analytique <sup>e</sup>	$S_a^2 = (1/na)0,0484C^{2,0}$
Total	$S_t^2 = S_s^2 + S_{sp}^2 + S_a^2$

a/ Variance = S<sup>2</sup> (t, s, sp, correspondent à l'échantillonnage, la préparation de l'échantillon, et les étapes analytiques respectivement de la prise d'essai des aflatoxines)

b/ ns = taille de l'échantillon de laboratoire en nombre de figes sèches, nss = taille de la prise d'essai en grammes de masse de fige, na = nombre d'aliquotes quantifiées par CLHP, et C = concentration d'aflatoxines en ng/g d'aflatoxines totales

c/ Nombre de figes sèches/kg est en moyenne de 59/kg.

d/ La variance d'échantillonnage est liée à la méthode de préparation de la bouillie liquide utilisée et à une prise d'essai qui correspond à 55 g de masse de figes.

e/ Les variances analytiques reflètent la recommandation FAPAS pour la limite supérieure de l'incertitude de reproductibilité analytique. Un écart-type relatif de 22 pour cent est considéré par Thompson<sup>2</sup> (sur la base des données de FAPAS) comme une mesure appropriée du meilleur accord qui peut être obtenu entre les laboratoires. Une incertitude analytique de 22 pour cent est plus large que la variation de laboratoire mesurée dans les études d'échantillonnage pour les figes sèches.

### COURBE D'EFFICACITÉ DÉCRIVANT LA PERFORMANCE DU PROJET DE PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE POUR LES AFLATOXINES DANS LES FIGES SÈCHES PRÊTES À CONSOMMER

46. La courbe caractéristique d'efficacité décrit la performance du projet de plan d'échantillonnage pour les aflatoxines dans les figes sèches prêtes à consommer dans la figure 1.

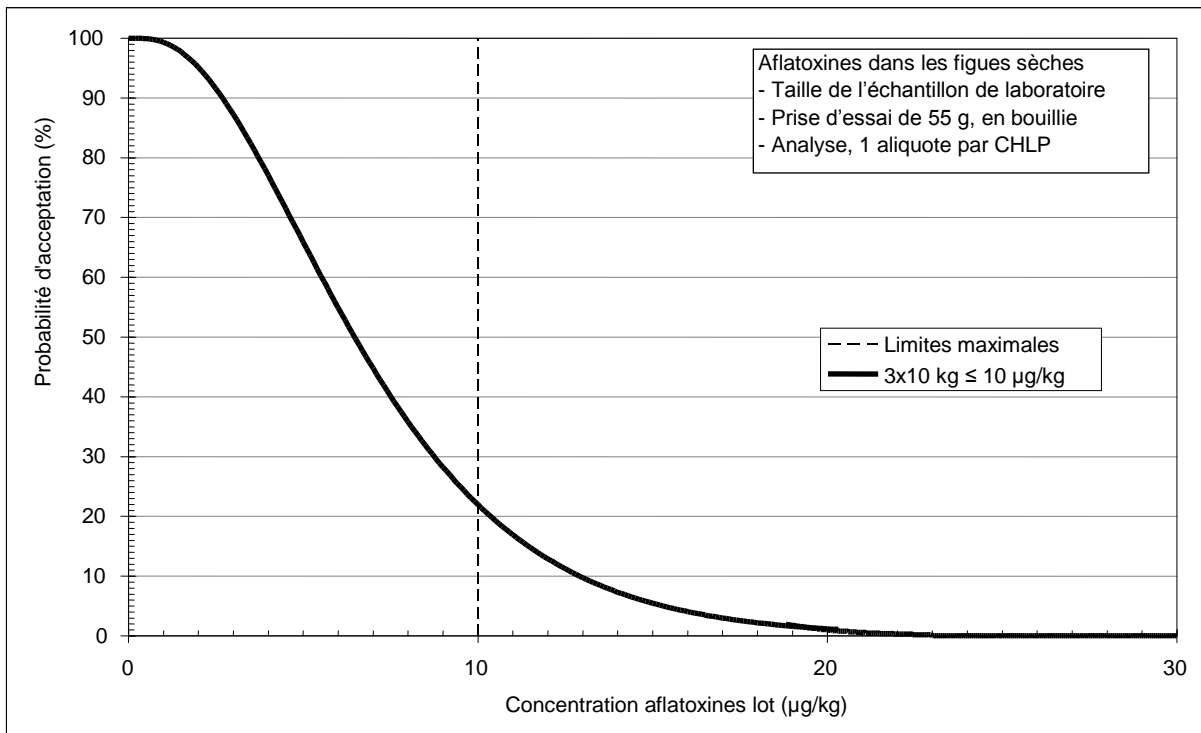


Figure 1. La courbe caractéristique d'efficacité décrit la performance du plan d'échantillonnage pour les aflatoxines dans les figes sèches prêtes à consommer en utilisant trois échantillons de laboratoire de 10 kg chacun et une limite maximale de 10 µg/kg d'aflatoxines totales, une méthode de préparation en bouillie, une prise d'essai qui reflète 55 g de masse de figue et la quantification des aflatoxines dans la prise d'essai par CLHP.

**Appendice II****PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE POUR LES OLIVES DE TABLE**

Le niveau d'inspection approprié est sélectionné comme suit:

**Niveau de contrôle I Échantillonnage normal**

**Niveau de contrôle II Conflits, (effectif de l'échantillon aux fins d'arbitrage dans le cadre du Codex) mise en application ou nécessité d'une meilleure estimation du lot**

**PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE 1**  
(Niveau de contrôle I, NQA = 6,5)

<b>POIDS NET ÉGAL OU INFÉRIEUR À 1 KG (2,2 LB)</b>		
<b>Importance du lot (N)</b>	<b>Effectif de l'échantillon (n)</b>	<b>Critère d'acceptation (c)</b>
4 800 ou moins	6	1
4 801 - 24 000	13	2
24 001 - 48 000	21	3
48 001 - 84 000	29	4
84 001 - 144 000	38	5
144 001 - 240 000	48	6
plus de 240 000	60	7
<b>POIDS NET SUPÉRIEUR À 1 KG (2,2 LB) MAIS NE DÉPASSANT PAS 4,5 KG (10 LB)</b>		
<b>Importance du lot (N)</b>	<b>Effectif de l'échantillon (n)</b>	<b>Critère d'acceptation (c)</b>
moins de 2 400	6	1
2 401 - 15 000	13	2
15 001 - 24 000	21	3
24 001 - 42 000	29	4
42 001 - 72 000	38	5
72 001 - 120 000	48	6
plus de 120 000	60	7
<b>POIDS NET SUPÉRIEUR À 4,5 KG (10 LB)</b>		
<b>Importance du lot (N)</b>	<b>Effectif de l'échantillon (n)</b>	<b>Critère d'acceptation (c)</b>
600 ou moins	6	1
601 - 2 000	13	2
2 001 - 7 200	21	3
7 201 - 15 000	29	4
15 001 - 24 000	38	5
24 001 - 42 000	48	6
plus de 42 000	60	7

**PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE 2**  
(Niveau de contrôle II, NAQ = 6,5)

<b>POIDS NET ÉGAL OU INFÉRIEUR À 1 KG (2,2 LB)</b>		
<b>Importance du lot (N)</b>	<b>Effectif de l'échantillon (n)</b>	<b>Critère d'acceptation (c)</b>
4 800 ou moins	13	2
4 801 - 24 000	21	3
24 001 - 48 000	29	4
48 001 - 84 000	38	5
84 001 - 144 000	48	6
144 001 - 240 000	60	7
plus de 240 000	72	8
<b>POIDS NET SUPÉRIEUR À 1 KG (2,2 LB) MAIS NE DÉPASSANT PAS 4,5 KG (10 LB)</b>		
<b>Importance du lot (N)</b>	<b>Effectif de l'échantillon (n)</b>	<b>Critère d'acceptation (c)</b>
2 400 ou moins	13	2
2 401 - 15 000	21	3
15 001 - 24 000	29	4
24 001 - 42 000	38	5
42 001 - 72 000	48	6
72 001 - 120 000	60	7
plus de 120 000	72	8
<b>POIDS NET SUPÉRIEUR À 4,5 KG (10 LB)</b>		
<b>Importance du lot (N)</b>	<b>Effectif de l'échantillon (n)</b>	<b>Critère d'acceptation (c)</b>
600 ou moins	13	2
601 - 2 000	21	3
2 001 - 7 200	29	4
7 201 - 15 000	38	5
15 001 - 24 000	48	6
24 001 - 42 000	60	7
plus de 42 000	72	8